

(19) 日本国特許庁 (J P)

(12) 公開特許公報 (A)

(11) 特許出願公開番号

特開2002-327170

(P2002-327170A)

(43) 公開日 平成14年11月15日 (2002. 11. 15)

(51) Int.Cl. <sup>7</sup>	識別記号	F I	テームコード (参考)
C 0 9 K 3/14	5 5 0	C 0 9 K 3/14	5 5 0 D 3 C 0 5 8 5 5 0 Z 5 D 1 1 2
B 2 4 B 37/00		B 2 4 B 37/00	H
G 1 1 B 5/84		G 1 1 B 5/84	A
H 0 1 L 21/304	6 2 2	H 0 1 L 21/304	6 2 2 D
審査請求 未請求 請求項の数 6 O L (全 9 頁)			

(21) 出願番号 特願2001-133650(P2001-133650)

(22) 出願日 平成13年4月27日 (2001. 4. 27)

(71) 出願人 000000918

花王株式会社

東京都中央区日本橋茅場町1丁目14番10号

(72) 発明者 大島 良暁

和歌山市湊1334番地 花王株式会社研究所  
内

(74) 代理人 100095832

弁理士 細田 芳徳

Fターム (参考) 3C058 AA07 CB01 CB03 DA02 DA17

5D112 AA02 BA09

(54) 【発明の名称】 研磨液組成物

(57) 【要約】

【課題】メモリーハードディスクの仕上げ研磨や半導体素子用の研磨用として、研磨後の被研磨物の表面粗さが小さく、かつ突起や研磨傷等の表面欠陥を発生することなく、しかも経済的に長期間高速に研磨をすることが可能である研磨液組成物、該研磨液組成物を用いた基板の製造方法及び前記研磨液組成物を用いて被研磨基板を研磨する方法を提供すること。

【解決手段】研磨材、酸化剤、研磨促進剤としての有機ホスホン酸及び水を含有してなる研磨液組成物、該研磨液組成物を用いて被研磨基板を研磨する工程を有する基板の製造方法及び前記研磨液組成物を用いて被研磨基板を研磨する方法。

## 【特許請求の範囲】

【請求項1】 研磨材、酸化剤、研磨促進剤としての有機ホスホン酸及び水を含有してなる研磨液組成物。

【請求項2】 研磨材がコロイダルシリカであり、酸化剤が過酸化水素である請求項1記載の研磨液組成物。

【請求項3】 磁気ディスク基板研磨用である請求項1又は2記載の研磨液組成物。

【請求項4】 請求項1～3いずれか記載の研磨液組成物を用いて被研磨基板を研磨する工程を有する基板の製造方法。

【請求項5】 被研磨基板が磁気ディスク用基板である請求項4記載の基板の製造方法。

【請求項6】 請求項1～3いずれか記載の研磨液組成物を用いて被研磨基板を研磨する方法。

## 【発明の詳細な説明】

## 【0001】

【発明の属する技術分野】本発明は、研磨液組成物、該研磨液組成物を用いた基板の製造方法及び前記研磨液組成物を用いて被研磨基板を研磨する方法に関する。

## 【0002】

【従来の技術】近年のメモリーハードディスクドライブには、高容量・小径化が求められ記録密度を上げるために磁気ヘッドの浮上量を低下させたり、単位記録面積を小さくすることが強いられている。それに伴い、磁気ディスク用基板の製造工程においても研磨後に要求される表面品質は年々厳しくなっており、ヘッドの低浮上に対応して、表面粗さ、微小うねり、ロールオフ、突起の低減や単位記録面積の減少に対応して許容されるスクラッチ、ヒットの大きさと深さがますます小さくなってきている。

【0003】また、半導体分野においても、高集積化、高速化に伴って配線の微細化が進んでいる。半導体デバイスの製造プロセスにおいても、フォトリソの露光の際、配線の微細化に伴い焦点深度が浅くなるため、パターン形成面のより一層の平滑化が望まれている。

【0004】このような面質を生産性を考慮して実現するために、コロイダルシリカを研磨材として用い面質を実現し、これに種々の添加剤を配合して研磨速度を向上する方法が提案（特開平11-246849号公報、特開2000-42904号公報）されてきたが、いずれも十分な研磨速度を達成するには至っていなかった。一方、ホスホン酸を研磨液組成物に用いることは、特開平9-204657号公報、特開平10-226784号公報、特開平10-265766号公報に示されているが、いずれもゲル化防止剤や安定剤に用いられているもので、高品質の面質を実現し、かつ研磨速度を向上させる効果は知られていなかった。

## 【0005】

【発明が解決しようとする課題】本発明の目的は、メモリーハードディスクの仕上げ研磨や半導体素子用の研磨

用として、研磨後の被研磨物の表面粗さが小さく、かつ突起や研磨傷等の表面欠陥を発生することなく、しかも経済的に長期間高速に研磨をすることが可能である研磨液組成物、該研磨液組成物を用いた基板の製造方法及び前記研磨液組成物を用いて被研磨基板を研磨する方法を提供することにある。

## 【0006】

【課題を解決するための手段】即ち、本発明の要旨は、〔1〕研磨材、酸化剤、研磨促進剤としての有機ホスホン酸及び水を含有してなる研磨液組成物、〔2〕前記〔1〕記載の研磨液組成物を用いて被研磨基板を研磨する工程を有する基板の製造方法、並びに〔3〕前記〔1〕記載の研磨液組成物を用いて被研磨基板を研磨する方法に関する。

## 【0007】

【発明の実施の形態】本発明の研磨液組成物は、前記のように、研磨材、酸化剤、研磨促進剤として有機ホスホン酸及び水を含有してなるものである。

【0008】本発明に使用される研磨材には、研磨用に一般に使用されている研磨材を使用することができる。該研磨材として、金属；金属又は半金属の炭化物、窒化物、酸化物、ホウ化物；ダイヤモンド等が挙げられる。金属又は半金属元素は、周期律表（長周期型）の2A、2B、3A、3B、4A、4B、5A、6A、7A又は8A族由来のものである。研磨材の具体例として、酸化アルミニウム、炭化珪素、ダイヤモンド、酸化マグネシウム、酸化亜鉛、酸化チタン、酸化セリウム、酸化ジルコニウム、シリカ等が挙げられ、これらを1種以上使用することは研磨速度を向上させる観点から好ましい。中でも、酸化アルミニウム、シリカ、酸化セリウム、酸化ジルコニウム、酸化チタン等が、半導体ウエハや半導体素子、磁気記録媒体用基板等の精密部品用基板の研磨に適している。酸化アルミニウムについては、 $\alpha$ 、 $\theta$ 、 $\gamma$ 等種々の結晶系が知られているが、用途に応じ適宜選択、使用することができる。この内、シリカ、特にコロイダルシリカは、より高度な平滑性を必要とする高記録密度メモリー磁気ディスク用基板の最終仕上げ研磨用途や半導体デバイス基板の研磨用途に適している。

【0009】研磨材の一次粒子の平均粒径は、研磨速度を向上させる観点から、好ましくは0.01～3  $\mu\text{m}$ 、さらに好ましくは0.02～0.8  $\mu\text{m}$ 、特に好ましくは0.05～0.5  $\mu\text{m}$ である。さらに、一次粒子が凝集して二次粒子を形成している場合は、同様に研磨速度を向上させる観点及び被研磨物の表面粗さを低減させる観点から、その二次粒子の平均粒径は、好ましくは0.05～3  $\mu\text{m}$ 、さらに好ましくは0.1～1.5  $\mu\text{m}$ 、特に好ましくは0.2～1.2  $\mu\text{m}$ である。研磨材の一次粒子の平均粒径は、走査型電子顕微鏡で観察（好適には3000～30000倍）して画像解析を行い、2軸平均粒径を測定することにより求めることができる。また、二次粒子の平均粒径はレーザー光回

折法を用いて体積平均粒径として測定することができる。

【0010】また、本発明においては、表面粗さ(Ra、Rmax)、うねり(Wa)を低減し、スクラッチ等の表面欠陥を減少させて、表面品質を向上させる観点から、研磨材としてシリカ粒子を用いることがより好ましい。シリカ粒子としては、コロイダルシリカ粒子、ヒュームドシリカ粒子、表面修飾したシリカ粒子等が挙げられ、中でも、コロイダルシリカ粒子が好ましい。なお、コロイダルシリカ粒子は、例えば、ケイ酸水溶液から生成させる製法により得ることができる。

【0011】シリカ粒子の平均一次粒径は、研磨速度を向上させる観点から、好ましくは0.001  $\mu\text{m}$ 以上、より好ましくは0.01  $\mu\text{m}$ 以上、さらに好ましくは0.02  $\mu\text{m}$ 以上であり、表面粗さ(Ra、Rmax)、うねり(Wa)を低減する観点から好ましくは0.6  $\mu\text{m}$ 以下、より好ましくは0.5  $\mu\text{m}$ 以下、さらに好ましくは0.3  $\mu\text{m}$ 以下、特に好ましくは0.2  $\mu\text{m}$ 以下である。該平均一次粒径は、好ましくは0.001  $\sim$  0.6  $\mu\text{m}$ 、より好ましくは0.001  $\sim$  0.5  $\mu\text{m}$ 、さらに好ましくは0.01  $\sim$  0.3  $\mu\text{m}$ 、特に好ましくは0.02  $\sim$  0.2  $\mu\text{m}$ である。なお、該粒径は走査型電子顕微鏡で観察して(好適には3000倍 $\sim$ 100000倍)画像解析を行い、2軸平均径を測定することにより求めることができる。

【0012】さらにシリカ粒子の粒径分布としては、以下に示すものが好ましい。

(1) 小粒径側からの積算粒径分布(個数基準)が50%となる粒径(D50)に対する小粒径側からの積算粒径分布(個数基準)が90%となる粒径(D90)の比(D90/D50)が1.3  $\sim$  3.0で、且つD50が10 $\sim$ 600nm。

【0013】本発明において、前記(1)で示される粒径分布を有するシリカ粒子を含有した研磨液組成物を使用することで、研磨後の基板の表面粗さが小さく、且つ突起や研磨傷等の表面欠陥を発生することなく、経済的な速度で被研磨基板の研磨をすることができるという効果が発現される。

【0014】前記(1)で示される粒径分布において、スクラッチ発生の防止、表面粗さ(Ra、Rmax)の低減など、より平滑で良好な面質を達成する観点及び高い研磨速度を達成する観点から、D90/D50は好ましくは1.3  $\sim$  3.0、より好ましくは1.3  $\sim$  2.0である。また、D90/D50は、高い研磨速度を達成する観点から、1.3以上が好ましく、高い研磨速度を維持し、且つ良好な表面平滑性を得る観点から、3.0以下が好ましい。

【0015】前記(1)で示される粒径分布において、D50は、10 $\sim$ 600nmであり、好ましくは30 $\sim$ 200nm、特に好ましくは40 $\sim$ 100nmである。該D50は、高い研磨速度を得る観点から、10nm以上が好ましく、また、スクラッチ等の表面欠陥の発生を防ぎ、良好な表面平滑性を得る観点から、600nm以下が好ましい。

【0016】また、前記(1)で示される粒径分布を有するシリカ粒子において、高い研磨速度、及び表面平滑性に優れた基板を得るためには、小粒径側の分布の指標となる小粒径側からの積算粒径分布が10%となる粒径(D10)が、5 $\sim$ 100nmであることが好ましく、より好ましくは15 $\sim$ 85nmであり、さらに好ましくは35 $\sim$ 70nm、特に好ましくは40 $\sim$ 60nmである。D10は、高い研磨速度を得る観点から、5nm以上であることが好ましく、また、良好な表面平滑性を維持する観点から、100nm以下であることが好ましい。

【0017】なお、前記(1)で示される粒径分布は、全体的なシリカ粒子の粒径分布を示すものである。例えば、前記(1)で示される粒径分布を有するシリカ粒子として、2種類以上のシリカ粒子を併用してもよい。この場合、前記の粒径分布(D10、D50、D90)は、いずれも混合したシリカ粒子について測定したものである。

【0018】中でも、D50が異なる2種類以上のシリカ粒子からなる場合、以下の粒径分布を有するものが好ましい。

(2) D50の最も小さなシリカ粒子(A)のD50(D50S)に対するD50の最も大きなシリカ粒子(B)のD50(D50L)の比(D50L/D50S)が1.1 $\sim$ 4.0であってAとBとの配合比率(A/B(重量比))が90/10 $\sim$ 10/90。

【0019】本発明において、異なるD50を有する2種類以上のシリカ粒子からなり、前記(2)で示される粒径分布を有する点に一つの大きな特徴があり、かかるシリカ粒子を含有した研磨液組成物を使用することで、研磨後の基板の表面粗さが小さく、且つ突起や研磨傷等の表面欠陥を発生することなく、被研磨基板の研磨をすることができ、特に優れた研磨速度が得られるという利点がある。ここで、D50がそれぞれ異なる3種類以上のシリカ粒子を用いる場合D50の最も小さなシリカ粒子のD50を「D50S」とし、D50の最も大きなシリカ粒子のD50を「D50L」とする。

【0020】前記(2)で示される粒径分布において、D50L/D50Sは、好ましくは1.1 $\sim$ 4.0、より好ましくは1.1 $\sim$ 3.0、さらに好ましくは1.5 $\sim$ 3.0である。D50L/D50Sは、研磨速度を向上する観点から、1.1以上が好ましく、また、高い研磨速度を維持し、スクラッチ等の表面欠陥を発生することなく、良好な表面平滑性を維持する観点から、4.0以下が好ましい。前記(2)で示される粒径分布において、2種類以上のシリカ粒子の混合比は、配合した後の粒径分布におけるD90とD50の比は1.3 $\sim$ 3.0であることが好ましく、またD50が10 $\sim$ 600nmであることが好ましい。さらにD10が5 $\sim$ 100nmであることが好ましい。尚、D50の最も小さなシリカ粒子(A)とD50の最も大きなシリカ粒子(B)との配合比率(A/B:重量比)は、好ましくは90/10 $\sim$ 10/90、より好ましくは90/10 $\sim$ 20/80、さらに好ましくは85/15 $\sim$ 35/65である。

【0021】なお、前記(2)で示される粒径分布を有するシリカ粒子において、使用するシリカ粒子のD50が2種以上あれば、各々のシリカ粒子の種類は同一でも、異なってもよい。なお、前記のD50L、D50Sは、いずれも混合前のものである。

【0022】さらに、シリカ粒子は、以下に示す粒径分布を有するものが好ましい。

(3) 粒径40nmにおける小粒径側からの積算粒径分布(個数基準)が25%以下で、且つD50が50~600nm。

【0023】本発明において、前記(3)で示される粒径分布を有する点の一つの大きな特徴があり、かかる粒径分布を有するシリカ粒子を含有した研磨液組成物を用いることで、通常の洗浄によりシリカ粒子が被研磨物表面から容易に洗浄され得るという効果が発現される。

【0024】前記(3)で示される粒径分布において、研磨後の基板へのシリカ粒子の残留量を低減する観点から粒径40nmにおける小粒径側よりの積算粒径分布は25%以下、好ましくは15%以下、より好ましくは10%以下、さらに好ましくは5%以下、特に好ましくは3%以下であることが望ましい。小粒径側よりの積算粒径分布を25%以下にするには、例えば、粒径が40nm以下のシリカ粒子の含有量を低くすればよい。粒径が40nm以下のシリカ粒子の含有量を低くする方法としては、例えば、シリカゾルを核として成長させるコロイダルシリカの合成において、活性ゾルの添加速度をコントロールすることにより小粒径品の含有の少ないコロイダルシリカを調製することができる。また、小粒径品を含有するコロイダルシリカを例えば、遠心分離機などにより分級して用いることも何ら問題はない。

【0025】一方、経済的な研磨速度を達成する観点及び表面平滑性に優れ、表面欠陥のない良好な面質を達成する観点から、D50は、50~600nmが好ましく、より好ましくは50~200nm、さらに好ましくは50~150nmである。

【0026】また、研磨速度が高く、且つ表面平滑性に優れ、表面欠陥のない良好な面質を達成する観点から、D90とD50の比(D90/D50)の値は1.3~3.0であることが好ましく、より好ましくは1.3~2.0である。

【0027】なお、前記(3)で示される粒径分布を有するシリカ粒子として、2種以上のシリカ粒子を併用してもよい。この場合、前記(3)で示される粒径分布は、いずれも混合したシリカ粒子について測定したものである。

【0028】また、本発明に使用されるシリカ粒子は、前記(1)~(3)からなる群より選ばれた2種以上の条件を満たすものが好ましく、特に全ての条件を満たすものがより好ましい。

【0029】前記(1)~(3)の粒径分布におけるシリカ粒子の粒径は、走査型電子顕微鏡(以下SEMという)を用いて以下の方法により求めることができる。即

ち、シリカ粒子を含有する研磨液組成物をシリカ粒子濃度が0.5重量%になるようにエタノールで希釈する。この希釈した溶液を約50℃に加温したSEM用の試料台に均一に塗布する。その後、過剰の溶液を濾紙で吸い取り溶液が凝集しないように均一に自然乾燥させる。

【0030】自然乾燥させたシリカ粒子にPt-Pdを蒸着させて、日立製作所(株)製電界効果走査型電子顕微鏡(FE-SEM:S-4000型)を用いて、視野中に500個程度のシリカ粒子が観察されるように倍率を3000倍~10万倍に調節し、一つの試料台について2点観察し写真を撮影する。撮影された写真(10.16cm×12.7cm)をコピー機等によりA4サイズに拡大して、撮影されたすべてのシリカ粒子の粒径をノギス等により計測し集計する。この操作を数回繰り返して、計測するシリカ粒子の数が2000個以上になるようにする。SEMによる測定点数を増やすことは、正確な粒径分布を求める観点からより好ましい。測定した粒径を集計し、小さい粒径から順にその頻度(%)を加算してその値が10%となる粒径をD10、同じく50%となる粒径をD50、90%となる粒径をD90として本発明における個数基準の粒径分布を求めることができる。尚、ここでいう粒径分布は一次粒子の粒径分布として求められる。但し、酸化アルミニウム、酸化セリウム、ヒュームドシリカ等の一次粒子が融着した二次粒子が存在している場合においては、その二次粒子の粒径に基づいて、粒径分布を求めることができる。

【0031】また、シリカ粒子の粒径分布を調整する方法としては、特に限定されないが、例えば、シリカ粒子がコロイダルシリカの場合、その製造段階における粒子の成長過程で新たな核となる粒子を加えることにより最終製品に粒径分布を持たせる方法、異なる粒径分布を有する2つ以上のシリカ粒子を混合する方法等で達成することも可能である。

【0032】研磨液組成物中における研磨材の含有量は、研磨速度を向上させる観点から、好ましくは0.5重量%以上、より好ましくは1重量%以上、さらに好ましくは3重量%以上、特に好ましくは5重量%以上であり、表面品質を向上させる観点、及び経済性の観点から50重量%以下、より好ましくは40重量%以下、さらに好ましくは30重量%以下、特に好ましくは25重量%以下である。すなわち、該含有量は、好ましくは0.5~50重量%、より好ましくは1~40重量%、さらに好ましくは3~30重量%、特に好ましくは5~25重量%である。

【0033】酸化剤としては、過酸化剤、過マンガン酸又はその塩、クロム酸又はその塩、硝酸又はその塩、ペルオキソ酸又はその塩、酸素酸又はその塩、金属塩類、硫酸類等が挙げられる。

【0034】より具体的には、過酸化剤としては、過酸化水素、過酸化ナトリウム、過酸化バリウム等；過マンガン酸又はその塩としては、過マンガン酸カリウム等；

クロム酸又はその塩としては、クロム酸金属塩、重クロム酸金属塩等；硝酸塩としては、硝酸鉄（III）、硝酸アンモニウム等；ペルオキシ酸又はその塩としては、ペルオキシ二硫酸、ペルオキシ二硫酸アンモニウム、ペルオキシ二硫酸金属塩、ペルオキシリン酸、ペルオキシ硫酸、ペルオキシホウ酸ナトリウム、過ギ酸、過酢酸、過安息香酸、過フタル酸等；酸素酸又はその塩としては、次亜塩素酸、次亜臭素酸、次亜ヨウ素酸、塩素酸、臭素酸、ヨウ素酸、過塩素酸、次亜塩素酸ナトリウム、次亜塩素酸カルシウム等；金属塩類としては、塩化鉄（II）、硫酸鉄（III）、クエン酸鉄（III）、硫酸アンモニウム鉄（III）等が挙げられる。好ましい酸化剤としては、過酸化水素、硝酸鉄（III）、過酢酸、ペルオキシ二硫酸アンモニウム硫酸鉄（III）及び硫酸アンモニウム鉄（II）等が挙げられる。特に、表面に金属イオンが付着せず汎用で使用され安価であるという観点から過酸化水素が好ましい。これらの酸化物は、単独で又は2種以上を混合して使用してもよい。

【0035】研磨速度を向上させる観点から、研磨液組成物中の酸化剤の含有量は、好ましくは0.002重量%以上、より好ましくは0.005重量%以上、さらに好ましくは0.007重量%以上、特に好ましくは0.01重量%以上であり、表面粗さ、うねりを低減し、ピット、スクラッチ等の表面欠陥を減少させて表面品質を向上させる観点及び経済性の観点から、好ましくは20重量%以下、より好ましくは15重量%以下、さらに好ましくは10重量%以下、特に好ましくは5重量%以下である。該含有量は、好ましくは0.002～20重量%、より好ましくは0.005～15重量%、さらに好ましくは、0.007～10重量%、特に好ましくは0.01～5重量%である。

【0036】本発明において、有機ホスホン酸は、研磨促進剤として使用される。かかる有機ホスホン酸を使用することで表面品質を向上させ、高速で研磨でき、さらには長期間高速で研磨できるという効果が発現される。有機ホスホン酸としては、表面品質を向上させる観点から分子量が150以上のものが好ましく、さらに好ましくは200以上である。有機ホスホン酸中のホスホン酸基の数は、研磨速度向上の観点から2以上が好ましい。具体的には、1-ヒドロキシエチリデン-1,1-ジホスホン酸、アミノトリ（メチレンホスホン酸）、エチレンジアミンテトラ（メチレンホスホン酸）、ジエチレントリアミンペンタ（メチレンホスホン酸）、エタン-1,1-ジホスホン酸、エタン-1,1-ヒドロキシ-1,1-ジホスホン酸、エタン-1,1-ヒドロキシ-1,1-ジホスホン酸、エタン-1,2-ジカルボキシ-1,2-ジホスホン酸、メタンヒドロキシホスホン酸等のホスホン酸又はこれらのアルカリ金属塩もしくはアルカノールアミン塩、2-ホスホノブタン-1,2-ジカルボン酸、1-ホスホノブタン-2,3,4-トリカルボン酸、 $\alpha$ -メチルホスホノコハ

ク酸等のホスホノカルボン酸又はそれらのアルカリ金属塩もしくはアルカノールアミン塩、アミノポリ（メチレンホスホン酸）又はそのアルカリ金属塩もしくはアルカノールアミン塩等を挙げることができる。これらの中でも、1-ヒドロキシエチリデン-1,1-ジホスホン酸、アミノトリ（メチレンホスホン酸）、エチレンジアミンテトラ（メチレンホスホン酸）、ジエチレントリアミンペンタ（メチレンホスホン酸）又はそれらの塩が好ましい。

【0037】有機ホスホン酸の研磨液組成物における含有量は、充分な研磨速度を発揮する観点および表面品質を向上させる観点から、0.0001～5重量%であり、好ましくは0.001～3重量%であり、さらに好ましくは0.01～2重量%である。

【0038】本発明の研磨液組成物中の水は、媒体として使用されるものであり、その含有量は、被研磨物を効率よく研磨する観点から、好ましくは50重量%以上であり、より好ましくは60重量%以上であり、さらに好ましくは70重量%以上であり、特に好ましくは80重量%以上であり、また、好ましくは99.4979重量%以下、より好ましくは98.994重量%以下、さらに好ましくは96.983重量%以下、特に好ましくは、94.98重量%以下である。該含有量は、好ましくは50～99.4979重量%、より好ましくは60～98.994重量%、さらに好ましくは70～96.983重量%、特に好ましくは80～94.98重量%である。

【0039】尚、前記研磨液組成物中の各成分の濃度は、該組成物製造時の濃度及び使用時の濃度のいずれであってもよい。通常、濃縮液として組成物は製造され、これを使用時に希釈して用いる場合が多い。

【0040】また、本発明の研磨液組成物には、必要に応じて他の成分を配合することができる。該他の成分としては、単量体型の酸化合物の金属塩、アンモニウム塩や増粘剤、分散剤、防錆剤、塩基性物質、界面活性剤等が挙げられる。

【0041】本発明の研磨液組成物は、前記研磨材、酸化剤、有機ホスホン酸、水、必要であれば他の成分を公知の方法で混合することにより調製することができる。

【0042】本発明の研磨液組成物のpHは、被加工物の種類や要求性能に応じて適宜決定することが好ましい。例えば、加工機械の腐食性の観点、作業者の安全性の観点から、1.8～12が好ましく、さらに好ましくは3～10である。被研磨物の材質により一概に限定はできないが、一般的には研磨速度を向上させる観点からpHは6.5以下、好ましくは6.0未満、より好ましくは5.9以下、さらに好ましくは5.5以下、さらに好ましくは5以下、特に好ましくは4以下であり、あるいは研磨速度向上の観点から7.5以上、好ましくは8.0以上、より好ましくは9以上であることが望ましい。特にニッケル-リン（Ni-P）メッキされたアルミニウム合金基板等の金属を主対象とした精密部品基板においては、研磨速度の観点から、pHは酸性にすることが好ましく、研

磨速度を向上させる観点からpHは6.5以下、好ましくは6.0未満、より好ましくは5.9以下、さらに好ましくは5.5以下、さらにより好ましくは5以下、特に好ましくは4以下である。さらに、半導体ウェハや半導体素子等の研磨、特にシリコン基板、ポリシリコン膜、SiO<sub>2</sub>膜等の研磨に用いる場合は、研磨速度と表面品質の向上の観点から、好ましくは7～12、より好ましくは8～12、特に好ましくは9～12である。また、シリカ粒子の分散性を向上させ表面品質を向上させる観点から、pHはアルカリ性にするのが好ましく、7.5以上、好ましくは8.0以上、より好ましくは9以上である。また、研磨後の洗浄性において砥粒残さを低減する観点から、pHは中性にすることが好ましい。従って、重視する目的に合わせてpHを設定すればよいが、特にNi-Pメッキされたアルミニウム合金基板等の金属を対象とした精密部品基板においては、前記観点を総合して、好ましくは1.8～5.5である。pHは硝酸、硫酸等の無機酸、アンモニウム塩、アンモニア水、水酸化カリウム、水酸化ナトリウム、アミン等の塩基性物質を適宜、所望量で配合することにより調整することができる。

【0043】本発明の被研磨基板の研磨方法は、本発明の研磨液組成物を用いて、あるいは本発明の研磨液組成物の組成となるように各成分を混合して研磨液を調製して被研磨基板を研磨する工程を有しており、特に精密部品用基板を好適に製造することができる。また、本発明の研磨液組成物は、保存安定性が優れ、長期にわたって安定して研磨性能を発揮することができる。

【0044】本発明の研磨液組成物が対象とする被研磨物の材質は、例えば、シリコン、アルミニウム、ニッケル、タングステン、銅、タンタル、チタン等の金属又は半金属およびこれらの合金、及びガラス、ガラス状カーボン、アモルファスカarbon等のガラス状物質、アルミナ、二酸化珪素、窒化珪素、窒化タンタル、炭化チタンなどのセラミック材料、ポリイミド樹脂などの樹脂等が挙げられる。これらの中では、アルミニウム、ニッケル、タングステン、銅などの金属及びこれらの金属を主成分とする合金が被研磨物であるか、又は、半導体素子等の半導体基板のような、それらが金属を含んだ被研磨物であるのが好ましく、例えば、Ni-Pメッキされた\*

\*アルミニウム合金基板や結晶化ガラス、強化ガラスなどのガラス基板がより好ましく、Ni-Pメッキされたアルミニウム合金基板が特に好ましい。

【0045】被研磨物の形状には特に制限がなく、例えば、ディスク状、プレート状、スラブ状、プリズム状等の平面部を有する形状や、レンズ等の曲面部を有する形状が本発明の研磨液組成物を用いた研磨の対象となる。その中でも、ディスク状の被研磨物の研磨に特に優れている。

10 【0046】本発明の研磨液組成物は、精密部品基板の研磨に好適に用いられる。例えば、磁気ディスク、光ディスク、光磁気ディスク等の磁気記録媒体の基板、フォトマスク基板、光学レンズ、光学ミラー、光学プリズム、半導体基板などの精密部品基板の研磨に適している。半導体基板の研磨は、シリコンウェハ（ベアウェハ）のポリッシング工程、埋め込み素子分離膜の形成工程、層間絶縁膜の平坦化工程、埋め込み金属配線の形成工程、埋め込みキャパシタ形成工程などにおいて行われる。本発明の研磨液組成物は、特に、磁気ディスク用基板の研磨に適している。さらに、表面粗さ（Ra）0.3nm以下で、うねり（Wa）0.3nm以下の磁気ディスク用基板を得るのに適している。

【0047】本明細書では、表面粗さ（Ra）とうねり（Wa）は、一般に言われる中心線粗さとして求められ、80μm以下の波長成分を持つ粗さ曲線から得られる中心線平均粗さをRaと言い、また0.4mm～5mmの波長成分を持つ粗さ曲線の中心線平均粗さを中心線微小うねりとしてWaと表す。これらは以下のように測定することができる。

30 【0048】〔中心線平均粗さ：Ra〕ランク・テラー・ホブソン社製 タリーステップ（タリデータ2000）を用いて、以下の条件で測定する。

触針先端サイズ : 2.5μm×2.5μm

ハイパスフィルター : 80μm

測定長さ : 0.64mm

【0049】〔中心線平均微小うねり：Wa〕Zygo社製 New View 200を用いて、以下の条件で測定する。

対物レンズ : 2.5倍

Image Zoom : 0.5倍

Filter : Band Pass

Filter type : FFT Fixed

Filter High Wavelength : 0.4mm

Filter Low Wavelength : 5.0mm

Remove : Cylinder

【0050】本発明の研磨液組成物を用いる研磨方法としては、例えば、不織布状の有機高分子系研磨布等を貼り付けた研磨盤で基板を挟み込み、研磨液組成物を研磨面に供給し、一定圧力を加えながら研磨盤や基板を動かす※50

※すことにより研磨する方法などが挙げられる。本発明の研磨方法において、本発明の研磨液組成物を用いることにより、研磨速度を向上させ、スクラッチやピット等の表面欠陥の発生が抑制され、表面粗さ（Ra）うねり

(Wa)等の表面平滑性を向上させることができる。

【0051】本発明の磁気ディスク用基板の製造方法は、前記研磨液組成物を用いた研磨工程を有し、該研磨工程は、複数の研磨工程の中でも2工程目以降に行われるのが好ましく、最終研磨工程に行われるのが特に好ましい。例えば、1工程又は2工程の研磨工程によって表面粗さ(Ra)0.5nm~1.5nm、うねり(Wa)0.5nm~1nmにしたNi-Pメッキされたアルミニウム合金基板を、本発明の研磨液組成物を用いた研磨工程によって研磨して、表面粗さ(Ra)0.3nm以下、うねり(Wa)0.3nm以下の磁気ディスク用基板を、好ましくは表面粗さ(Ra)0.25nm以下、うねり(Wa)0.25nm以下の磁気ディスクを製造することができる。特に、本発明の研磨液組成物は、2工程の研磨で表面粗さ(Ra)0.3nm以下、うねり(Wa)0.3nm以下の磁気ディスク用基板を、好ましくは表面粗さ(Ra)0.25nm以下、うねり(Wa)0.25nm以下の磁気ディスクを製造する際の2工程目に用いられるのに適している。

【0052】製造された磁気ディスク用基板は、表面平滑性に優れたものである。その表面平滑性として、表面粗さ(Ra)0.3nm以下、好ましくは0.25nm以下が望ましい。また、うねり(Wa)は0.3nm以下、好ましくは0.25nm以下が望ましい。

【0053】以上のように、本発明の研磨液組成物を用いることで、研磨速度を向上させると共に、スクラッチ、ビット等の表面欠陥が少なく、表面粗さ(Ra)及びうねり(Wa)等の平滑性が向上した、特に研磨速度を向上させると共に、うねり(Wa)の表面平滑性が向上した、表面性状に優れた高品質の磁気ディスク用基板\*30

\*を生産効率よく製造することができる。

【0054】本発明の研磨液組成物は、ポリッシング工程において特に効果があるが、これ以外の研磨工程、例えば、ラッピング工程等にも同様に適用することができる。

【0055】

【実施例】(被研磨物)被研磨基板として、Ni-Pメッキされた基板をアルミナ研磨材を含有する研磨液であらかじめ粗研磨し、基板表面粗さ1nmとした、厚さ0.8mmの95mmφのアルミニウム合金基板を用いて研磨評価を行った。

【0056】実施例1~4

表1に示すようにコロイダルシリカ(D10:45nm、D50:58nm、D90:90nm)を7重量部、35%過酸化水素(旭電化製)を純分で1重量部、下記に示す助剤A~Dのいずれかを0.45重量部混合し、残りを水として、合計100重量部とした。

【0057】混合する順番は、スラリーがゲル化しないように注意して、コロイダルシリカスラリーを水で希釈したものに助剤を攪拌しながらゆっくりと加えて調整した。そして、最後に過酸化水素を所定量を攪拌しながらゆっくりと添加した。

助剤A:1-ヒドロキシエチリデン-1,1-ジホスホン酸

助剤B:アミノトリメチレンホスホン酸

助剤C:ジエチレンテトラミンペンタメチレンホスホン酸

助剤D:ヘキサメチレンジアミンテトラメチレンホスホン酸

【0058】

【表1】

	重量部						pH
	コロイダルシリカ	過酸化水素	助剤A	助剤B	助剤C	助剤D	
実施例1	7.0	1.0	0.45	-	-	-	2
実施例2	7.0	1.0	-	0.45	-	-	2
実施例3	7.0	1.0	-	-	0.45	-	2
実施例4	7.0	1.0	-	-	-	0.45	2

【0059】比較例1~7

表2に示すように、コロイダルシリカ(D10:45nm、D50:58nm、D90:90nm)、35%過酸化水素(旭電化製)、助剤A、B、E~Gを所定量混合し、残りを水として合計100重量部とした。ただし、助剤E~Gは以下に示すものを用いた。このうち比較例7については、61%硝酸(和光特級)にてpH2.5に調整した。

【0060】混合する順番は、スラリーがゲル化しない※

40※ように注意して、コロイダルシリカスラリーを水で希釈したものに助剤を攪拌しながらゆっくりと加えて調整した。過酸化水素を含有するものは、これを最後に添加した。

助剤E:ホスホン酸(HP=O(OH)<sub>2</sub>:亜リン酸)

助剤F:硝酸アルミニウム・九水和物

助剤G:シュウ酸アンモニウム・一水和物

【0061】

【表2】

13

14

	重量部							pH
	Zygo	還元化水素	助剤A	助剤B	助剤E	助剤F	助剤G	
比較例1	7.0	1.0	-	-	-	-	-	8.2
比較例2	7.0	-	0.45	-	-	-	-	2
比較例3	7.0	-	-	0.45	-	-	-	2
比較例4	7.0	1.0	-	-	0.45	-	-	2
比較例5	7.0	-	0.45	-	-	1.0	-	1.9
比較例6	7.0	1.0	-	-	-	1.0	-	2.3
比較例7	7.0	1.0	-	-	-	-	1.0	2.5

【0062】実施例1～4及び比較例1～7で得られた研磨液組成物について、研磨速度、表面粗さ、微小うねり、表面欠陥、スクラッチの有無及び保存安定性を以下の方法に基づいて測定、評価した。得られた結果を表3、4に示す。

【0063】(研磨条件)

研磨試験機：スピードファム社製 両面9B研磨機

研磨パッド：鐘紡 Belatrix N0058

定盤回転数：35r/min

スラリー供給量：40ml/min

研磨時間：4分

研磨荷重：7.8kPa

投入した基板の枚数：10枚

【0064】(研磨速度) 研磨前と研磨後の基板の重量減より算出した。

【0065】(表面粗さ(Ra、Rmax)) 研磨後の基板の裏表の120°おきに各3点で計6点を原子間力顕微鏡(デジタルインストルメント社製 Nanoscope II

1)を用いて、ScanRateを1.0Hzで2μm×2μmの範囲を測定したときの平均値をとった。(Ra)○：3. \*

\* 5Å未満、3.5Å以上、(Rmax)◎：40Å未満、△：40以上100Å未満、×：100Å以上として表3に示す。なお、「Ra」は中心線平均粗さ、「Rmax」はP-V値(Peak-Valley 値)を示す。

【0066】(微小うねり(Wa)) 前記条件でのZygoによる測定した。○：4.5Å未満、×：4.5Å以上として表3に示す。

【0067】(表面欠陥(微小欠陥)) 微分干渉式顕微鏡観察により倍率200倍で各基板の表面を30°おきに12カ所測定し、12視野当たりのビットと突起数を数えた。○：0個、×：1個以上として表3に示す。

【0068】(スクラッチ) 微分干渉式顕微鏡観察により倍率200倍で各基板の表面を30°おきに12カ所測定し、12視野当たりのスクラッチを数えた。○：0個、×：1個以上として表3に示す。

【0069】(保存安定性) 研磨液組成物の調製直後と2週間後、1ヶ月後、3ヶ月後の研磨速度より判定した。結果を表4に示す。

【0070】

【表3】

	研磨速度 (μm/分)	Ra (AFM)	Rmax (AFM)	Wa (Zygo)	微小欠陥 (微分干渉 顕微鏡)	スクラッチ (微分干渉 顕微鏡)
実施例1	0.13	○	◎	○	○	○
実施例2	0.13	○	◎	○	○	○
実施例3	0.12	○	◎	○	○	○
実施例4	0.12	○	◎	○	○	○
比較例1	0.03	○	×	×	○	×
比較例2	0.04	○	○	×	×	×
比較例3	0.04	○	○	×	×	×
比較例4	0.13	×	×	×	×	×
比較例5	0.07	○	○	×	○	○
比較例6	0.11	○	○	○	○	○
比較例7	0.08	○	○	×	○	○

【0071】

※ ※【表4】



	研磨速度 ( $\mu\text{m}/\text{分}$ )			
	調製直後	2週間後	1ヶ月後	3ヶ月後
実施例1	0.13	0.13	0.13	0.13
実施例2	0.13	0.13	0.13	0.13
実施例3	0.12	0.12	0.12	0.12
実施例4	0.12	0.12	0.12	0.12
比較例1	0.03	0.03	0.03	0.03
比較例2	0.04	0.04	0.04	0.04
比較例3	0.04	0.04	0.04	0.04
比較例4	0.13	0.13	0.13	0.13
比較例5	0.07	0.07	0.05	0.03
比較例6	0.11	0.07	0.05	0.04
比較例7	0.08	ゲル化	—	—

【0072】表3、4の結果より、実施例1～4で得られた研磨液組成物は、いずれも研磨速度が高く、表面粗さや微小うねりが低減され、表面欠陥やスクラッチのないものであり、特に比較例1～7で得られた研磨液組成物に比べ、 $R_{\text{max}}$ が低く且つ研磨速度の観点での保存安定性に優れたものであることがわかる。なお、無機ホスホン酸を用いた比較例4は、研磨速度の観点での保存安定性に優れたものの、表面粗さ、微小うねり、表面欠\*

\*陥、スクラッチ等の評価結果がいずれも悪いものであった。

【0073】

【発明の効果】本発明の研磨液組成物は、研磨基板の表面品質を向上させつつ、高速で研磨でき、しかも配合後の保存安定性に優れ、長期間高速で研磨できる。そしてこれにより、表面品質が優れた磁気ディスク用基板を効率よく製造することができるという効果が奏される。

## PATENT ABSTRACTS OF JAPAN

(11)Publication number : 2002-327170

(43)Date of publication of application : 15.11.2002

---

(51)Int.Cl.

C09K 3/14  
B24B 37/00  
G11B 5/84  
H01L 21/304

---

(21)Application number : 2001-133650

(71)Applicant : KAO CORP

(22)Date of filing : 27.04.2001

(72)Inventor : OOSHIMA YOSHIKI

---

### (54) POLISHING LIQUID COMPOSITION

#### (57)Abstract:

PROBLEM TO BE SOLVED: To provide a polishing liquid composition low in the surface roughness of a polished material after polishing and moreover capable of polishing at an economical speed without causing a surface defects such as a projection and a polishing flaw for the finish polishing of a memory hard disk or the polishing of a semiconductor device, and method for producing a substrate using the polishing liquid composition and a method polishing the objective substrate by using the polishing liquid composition.

SOLUTION: The polishing liquid composition comprising a polishing agent, an oxidizing agent, an organic phosphonic acid as a polishing accelerator and water, the method of production for the substrate having a process polishing the objective polishing substrate by using the polishing liquid composition and the method polishing the objective polishing substrate by using the polishing liquid composition are provided.

---

### LEGAL STATUS

[Date of request for examination] 25.11.2004

[Date of sending the examiner's decision of rejection]

[Kind of final disposal of application other than the examiner's decision of rejection or application converted registration]

[Date of final disposal for application]

\* NOTICES \*

JPO and NCIPi are not responsible for any damages caused by the use of this translation.

1. This document has been translated by computer. So the translation may not reflect the original precisely.
2. \*\*\*\* shows the word which can not be translated.
3. In the drawings, any words are not translated.

---

CLAIMS

---

[Claim(s)]

[Claim 1] The polish liquid constituent which comes to contain the organic phosphonic acid and water as abrasives, an oxidizer, and a polish accelerator.

[Claim 2] The polish liquid constituent according to claim 1 whose abrasives are colloidal silica and whose oxidizer is a hydrogen peroxide.

[Claim 3] The polish liquid constituent according to claim 1 or 2 which is an object for magnetic-disk substrate polish.

[Claim 4] a claim -- the manufacture approach of a substrate of having the process which grinds a ground substrate using the polish liquid constituent of a publication one to 3 either.

[Claim 5] The manufacture approach of a substrate according to claim 4 that a ground substrate is a substrate for magnetic disks.

[Claim 6] a claim -- the approach of grinding a ground substrate using the polish liquid constituent of a publication one to 3 either.

---

[Translation done.]

\* NOTICES \*

JPO and NCIPi are not responsible for any damages caused by the use of this translation.

1. This document has been translated by computer. So the translation may not reflect the original precisely.
2. \*\*\*\* shows the word which can not be translated.
3. In the drawings, any words are not translated.

---

DETAILED DESCRIPTION

---

[Detailed Description of the Invention]

[0001]

[Field of the Invention] This invention relates to the approach of grinding a ground substrate using the manufacture approach of a substrate of having used the polish liquid constituent and this polish liquid constituent, and said polish liquid constituent.

[0002]

[Description of the Prior Art] In order to call for high capacity and minor diameter-ization and to raise recording density, the flying height of the magnetic head is reduced in a memory hard disk drive in recent years, or it is forced to make unit record area small. In connection with it, the surface quality demanded after polish also in the production process of the substrate for magnetic disks is becoming severe every year, and a scratch, and the magnitude and the depth of a pit which are permitted corresponding to reduction of surface roughness, minute external waviness, a roll-off, and a projection or reduction of unit record area are becoming still smaller corresponding to low surfacing of a head.

[0003] Moreover, also in the semi-conductor field, detailed-ization of wiring is progressing with high integration and improvement in the speed. Also in the manufacture process of a semiconductor device, since the depth of focus becomes shallow with detailed-izing of wiring in the case of exposure of a photoresist, much more smoothing of a pattern formation side is desired.

[0004] Although the approach of using colloidal silica as abrasives, realizing a surface condition, blending various additives with this, and improving a polish rate has been proposed in order to realize such a surface condition in consideration of productivity (JP,11-246849,A, JP,2000-42904,A), all have come to attain a satisfactory polish rate. On the other hand, although using phosphonic acid for a polish liquid constituent was shown in JP,9-204657,A, JP,10-226784,A, and JP,10-265766,A, the effectiveness of all being used for the antigelling agent or the stabilizer, and having realized the surface condition of high quality, and raising a polish rate was not known.

[0005]

[Problem(s) to be Solved by the Invention] As an object for polish for finishing polishes and the semiconductor devices of a memory hard disk, the purpose of this invention has the small surface roughness of the ground object after polish, and it is to offer the approach of grinding a ground substrate using the manufacture approach of the substrate using the polish liquid constituent which can moreover be economically ground at a high speed for a long period of time, and this polish liquid constituent, and said polish liquid constituent, without generating surface discontinuity, such as a projection and a polish blemish.

[0006]

[Means for Solving the Problem] That is, the summary of this invention is related with the manufacture approach of a substrate of having the process which grinds a ground substrate using the polish liquid constituent and the polish liquid constituent given in [2] aforementioned [1] which come to contain the organic phosphonic acid and water as [1] abrasives, an oxidizer, and a polish accelerator, and the approach of using a polish liquid constituent given in [3] aforementioned [1] for a list, and grinding a

ground substrate.

[0007]

[Embodiment of the Invention] The polish liquid constituent of this invention comes to contain organic phosphonic acid and water as abrasives, an oxidizer, and a polish accelerator as mentioned above.

[0008] The abrasives currently generally used for polish can be used for the abrasives used for this invention. As these abrasives, the carbide of a metal; metal or semimetal, a nitride, an oxide, a boride; diamond, etc. are mentioned. A metal or metalloid element is the thing of 2A of the periodic table (long period mold), 2B, 3A, 3B, 4A, 4B, 5A, 6A and 7A, or 8A group origin. It is desirable for an aluminum oxide, silicon carbide, a diamond, magnesium oxide, a zinc oxide, titanium oxide, cerium oxide, a zirconium dioxide, a silica, etc. to be mentioned, and to use one or more sorts of these as an example of abrasives, from a viewpoint which raises a polish rate. Especially, an aluminum oxide, a silica, cerium oxide, a zirconium dioxide, titanium oxide, etc. fit polish of substrates for precision components, such as a semi-conductor wafer, and a semiconductor device, a substrate for magnetic-recording media. Although various crystal system, such as alpha, theta, and gamma, is known about the aluminum oxide, it can respond to an application and can be used suitably, being able to choose. Among this, a silica, especially colloidal silica are suitable for the last finishing polish application of the substrate for high recording density memory magnetic disks and the polish application of a semiconductor device substrate which need more advanced smooth nature.

[0009] from a viewpoint which raises a polish rate as for the mean particle diameter of the primary particle of abrasives -- desirable -- 0.01-3  $\mu\text{m}$  -- further -- desirable -- 0.02-0.8  $\mu\text{m}$  -- especially -- desirable -- 0.05-0.5  $\mu\text{m}$ . Furthermore, the mean particle diameter of the viewpoint which reduces the surface roughness of the viewpoint which raises a polish rate similarly, and a ground object when a primary particle condenses and the aggregated particle is formed to the aggregated particle is 0.05-3 preferably. It is 0.2-1.2 especially preferably 0.1-1.5 micrometers preferably to  $\mu\text{m}$  and a  $\mu\text{m}$ . It is  $\mu\text{m}$ . Mean particle diameter of the primary particle of abrasives can be observed with a scanning electron microscope (it is 3000-30000 suitably twice), can perform image analysis, and can ask for it by measuring biaxial mean particle diameter. Moreover, the mean particle diameter of an aggregated particle can be measured as volume mean particle diameter using laser optical diffraction.

[0010] Moreover, in this invention, it is more desirable to use a silica particle as abrasives from surface roughness ( $R_a$ ,  $R_{\text{max}}$ ) and a viewpoint which surges, reduces ( $W_a$ ), decreases surface discontinuity, such as a scratch, and raises surface quality. As a silica particle, a colloidal silica particle, a fumed silica particle, the silica particle that carried out surface qualification are mentioned, and a colloidal silica particle is desirable especially. In addition, a colloidal silica particle can be obtained by the process made to generate for example, from a silicic-acid water solution.

[0011] The first [ an average of ] particle size of a silica particle is 0.001 preferably from a viewpoint which raises a polish rate. More than  $\mu\text{m}$  0.01 micrometers or more are 0.02 micrometers or more still more preferably more preferably. It is 0.6 preferably from surface roughness ( $R_a$ ,  $R_{\text{max}}$ ) and a viewpoint which surges and reduces ( $W_a$ ). It is 0.5 more preferably below  $\mu\text{m}$ . It is 0.3 still more preferably below  $\mu\text{m}$ . It is 0.2 especially preferably below  $\mu\text{m}$ . It is below  $\mu\text{m}$ . this first [ an average of ] particle size -- desirable -- 0.001-0.6  $\mu\text{m}$  -- more -- desirable -- 0.001-0.5  $\mu\text{m}$  -- further -- desirable -- 0.01-0.3  $\mu\text{m}$  -- especially -- desirable -- 0.02-0.2  $\mu\text{m}$ . In addition, this particle size can be observed with a scanning electron microscope, can perform image analysis (suitably 3000 times to 100000 times), and can ask for it by measuring a biaxial pitch diameter.

[0012] As particle size distribution of a silica particle, what is shown below is still more desirable.

(1) the addition particle size distribution (number criteria) from the diameter side of a granule -- 50% Becoming particle size (D50) the addition particle size distribution (number criteria) from the receiving diameter side of a granule -- 90% Becoming particle size (D90) Ratio (D90/D50) 1.3-3.0 it is -- D50 [ and ] 10-600nm.

[0013] In this invention, by using the polish liquid constituent containing the silica particle which has the particle size distribution shown above (1), the surface roughness of the substrate after polish is small, and the effectiveness that a ground substrate can be ground at an economical rate is discovered, without

generating surface discontinuity, such as a projection and a polish blemish.

[0014] the particle size distribution shown above (1) -- setting -- prevention of scratch generating and surface roughness (Ra, Rmax) A viewpoint to D90/D50 which attain the viewpoint and the high polish rate which attain smoother and good surface conditions, such as reduction, desirable -- 1.3-3.0 -- more -- desirable -- 1.3-2.0 it is . Moreover, D90/D50 A viewpoint to 1.3 which attains a high polish rate The, above is desirable and 3.0 or less [ which maintains a high polish rate and obtains good surface smooth nature / a viewpoint to ] are desirable.

[0015] the particle size distribution shown above (1) -- setting -- D50 10-600nm it is -- desirable -- 30-200nm -- especially -- desirable -- 40-100nm it is . This D50 The viewpoint which 10nm or more is desirable, and prevents generating of surface discontinuity, such as a scratch, and obtains good surface smooth nature from a viewpoint which obtains a high polish rate to 600nm The following is desirable.

[0016] moreover, in order to obtain the substrate excellent in a high polish rate and surface smooth nature in the silica particle which has the particle size distribution shown above (1) the addition particle size distribution from the diameter side of a granule used as the index of distribution by the side of the diameter of a granule -- 10% Becoming particle size (D10) 5-100nm it is -- things are desirable, are 15-85nm more preferably, and are 40-60nm especially preferably 35-70nm still more preferably. D10 The viewpoint which obtains a high polish rate to 5nm The viewpoint which maintains surface smooth [ that it is above ] nature desirable and good to 100nm It is desirable that it is the following.

[0017] In addition, the particle size distribution shown above (1) shows the particle size distribution of an overall silica particle. For example, two or more sorts of silica particles may be used together as a silica particle which has the particle size distribution shown above (1). In this case, each aforementioned particle size distribution (D10, D50, D90) is measured about the mixed silica particle.

[0018] Especially, it is D50. When consisting of two or more kinds of different silica particles, what has the following particle size distribution is desirable.

(2) D50 D50 (D50S) of the smallest silica particle (A) D50 receiving D50 (D50L) of the biggest silica particle (B) Ratio (D50 ratio-of-length-to-diameter50S) 1.1-4.0 it is -- the rate of a compounding ratio of A and B (A/B (weight ratio)) -- 90/10 -10 / 90.

[0019] Different D50 in this invention By using the polish liquid constituent which it consists of two or more kinds of silica particles which it has, and there is one big description in the point of having the particle size distribution shown above (2), and contained this silica particle The surface roughness of the substrate after polish is small, and without generating surface discontinuity, such as a projection and a polish blemish, a ground substrate can be ground and there is an advantage that the especially excellent polish rate is obtained. It is D50 when D50 uses three or more kinds of silica particles different, respectively here. D50 of the smallest silica particle It is referred to as "D50S" and is D50. D50 of the biggest silica particle It is referred to as "D50L."

[0020] the particle size distribution shown above (2) -- setting -- D50 ratio-of-length-to-diameter50S desirable -- 1.1-4.0 -- more -- desirable -- 1.1-3.0 -- further -- desirable -- 1.5-3.0 it is . D50 ratio-of-length-to-diameter50S The viewpoint which improves a polish rate to 1.1 A viewpoint to 4.0 which maintains good surface smooth nature, without maintaining a polish rate with it, and generating surface discontinuity, such as a scratch, The following is desirable. [ the desirable and above and ] [ high ] D90 in the particle size distribution after blending the mixing ratio of two or more kinds of silica particles in the particle size distribution shown above (2) D50 a ratio -- 1.3-3.0 it is -- things -- desirable -- D50 [ moreover, ] 10-600nm it is -- things are desirable. further -- D10 5-100nm it is -- things are desirable. D50 [ in addition, ] The smallest silica particle (A) and D50 the rate of a compounding ratio (A/B: weight ratio) with the biggest silica particle (B) -- desirable -- 90/10 -10 / 90 -- more -- desirable -- 90/10 -20 / 80 -- further -- desirable -- 85/15 -35 / 65 it is .

[0021] In addition, D50 of the silica particle used in the silica particle which has the particle size distribution shown above (2) As long as there are two or more sorts, even if the class of each silica particle is the same, they may differ. In addition, each of aforementioned D50L and D50S is the things before mixing.

[0022] Furthermore, as for a silica particle, what has the particle size distribution shown below is

desirable.

(3) The addition particle size distribution (number criteria) from the diameter side of a granule in the particle size of 40nm is 25%. It is the following and is D50. 50-600nm.

[0023] In this invention, there is one big description in the point of having the particle size distribution shown above (3), and the effectiveness that a silica particle may be easily washed by the usual washing from a ground object front face is discovered by using the polish liquid constituent containing the silica particle which has this particle size distribution.

[0024] The addition particle size distribution by the side of the diameter of a granule in the particle size of 40nm from a viewpoint which reduces the amount of residuals of the silica particle to the substrate after polish in the particle size distribution shown above (3) is 25%. It is 15% preferably hereafter. It is 10% more preferably hereafter. It is still more preferably desirable hereafter that it is 3% or less especially preferably 5% or less. In order to make addition particle size distribution by the side of the diameter of a granule 25% or less, particle size should just make low the content of a silica particle 40nm or less. As an approach particle size makes low the content of a silica particle 40nm or less, colloidal silica with little content of a small particle-size article can be prepared by controlling the addition rate of an activity sol, for example in composition of the colloidal silica into which a silica sol is grown up as a nucleus. Moreover, a problem does not have classifying the colloidal silica containing a small particle-size article with a centrifugal separator etc., and using it in any way, either.

[0025] a viewpoint to D50 which attains the good surface condition which is excellent in the viewpoint and surface smooth nature which attain an economical polish rate on the other hand, and does not have surface discontinuity 50-600nm desirable -- more -- desirable -- 50-200nm -- further -- desirable -- 50-150nm it is .

[0026] a viewpoint to D90 [ moreover, ] which attains the good surface condition which whose polish rate is high, and is excellent in surface smooth nature, and does not have surface discontinuity D50 Ratio (D90/D50) a value -- 1.3-3.0 it is -- things -- desirable -- more -- desirable -- 1.3-2.0 it is .

[0027] In addition, two or more sorts of silica particles may be used together as a silica particle which has the particle size distribution shown above (3). In this case, each particle size distribution shown above (3) is measured about the mixed silica particle.

[0028] Moreover, as for the silica particle used for this invention, what fulfills two or more sorts of conditions chosen from the group which consists of aforementioned (1) - (3) is desirable, and what fulfills especially all conditions is more desirable.

[0029] The above (1) It can ask for the particle size of the silica particle in the particle size distribution of - (3) by the following approaches using a scanning electron microscope (it is called Following SEM). That is, silica particle concentration is a polish liquid constituent containing a silica particle 0.5 It dilutes with ethanol so that it may become weight % . It applies to homogeneity on the sample base for SEM which warmed this diluted solution at about 50 degrees C. Then, homogeneity is made to season naturally so that a superfluous solution may be sucked up through a filter paper and a solution may not condense.

[0030] The silica particle made to season naturally is made to vapor-deposit Pt-Pd, using the electric field effect scanning electron microscope (FE-SEM:S-4000 mold) by Hitachi, Ltd., a scale factor is adjusted 3000 times to 100,000 times so that about 500 silica particles may be observed in a visual field, two points are observed about one sample base, and a photograph is taken. The taken photograph (10.16 cmx12.7cm) is expanded to A4 size with a copy machine etc., the particle size of all the photoed silica particles is measured with slide calipers etc., and it totals. It is made for the number of the silica particles which repeat this actuation several times and measure it to become 2000 or more pieces. It is more desirable to increase the number of point of measurement by SEM from a viewpoint which searches for exact particle size distribution. the measured particle size -- totaling -- the order from a small particle size -- the frequency (%) -- adding -- the value -- 10% the becoming particle size -- D10 -- the same -- 50% the becoming particle size -- D50 and 90% the becoming particle size -- D90 \*\* -- it can carry out and the particle size distribution of the number criteria in this invention can be searched for. In addition, particle size distribution here is searched for as particle size distribution of a primary particle. However,

when the aggregated particle which primary particles, such as an aluminum oxide, cerium oxide, and fumed silica, welded exists, particle size distribution can be searched for based on the particle size of the aggregated particle.

[0031] Moreover, it is also possible to attain by the approach of giving particle size distribution to a final product by adding the particle used as as new a nucleus as the growth fault of the particle in the manufacture phase when a silica particle is colloidal silica, the approach of mixing two or more silica particles which have different particle size distribution, etc., for example, although not limited especially as an approach of adjusting the particle size distribution of a silica particle.

[0032] The content of the abrasives in a polish liquid constituent from a viewpoint which raises a polish rate It is 0.5 preferably. It is 1 more preferably more than weight % . More than weight % It is 3 % of the weight still more preferably. It is 5 especially preferably above. From the viewpoint which is more than weight % and raises surface quality, and a viewpoint of economical efficiency to 50 % of the weight It is 40 % of the weight more preferably hereafter. It is 30 % of the weight still more preferably hereafter. It is 25 or less % of the weight especially preferably hereafter. namely, this content -- desirable -- 0.5 - 50 % of the weight more -- desirable -- 1 - 40 % of the weight further -- desirable -- 3 - 30 % of the weight especially -- desirable -- 5 - 25 % of the weight it is .

[0033] As an oxidizer, a peroxide, permanganic acid or its salt, a chromic acid or its salt, a nitric acid or its salt, peroxy or its salt, oxygen acid or its salt, metal salts, and sulfuric acids are mentioned.

[0034] As a peroxide, more specifically as; permanganic acid, such as a hydrogen peroxide, a sodium peroxide, and a barium peroxide, or a salt of those Potassium permanganate etc.; as a chromic acid or its salt A chromic-acid metal salt, a dichromic acid metal salt, etc.; as a nitrate Iron nitrate (III), an ammonium nitrate, etc.; as peroxy or its salt A peroxydisulfuric acid, a ammonium peroxydisulfate, a peroxydisulfuric-acid metal salt, Peroxophosphoric acid, persulfuric acid, sodium peroxoborate, a performic acid, a peracetic acid, a perbenzoic acid, a fault phthalic acid, etc.; as oxygen acid or its salt A hypochlorous acid, hypobromous acid, hypoiodous acid, a chloric acid, a bromic acid, the iodic acid, perchloric acid, a sodium hypochlorite, a calcium hypochlorite, etc.; as metal salts, an iron(III) chloride, iron(III) sulfate, ferric citrate (III), ammonium iron sulfate (III), etc. are mentioned. As a desirable oxidizer, a hydrogen peroxide, iron nitrate (III), a peracetic acid, ammonium-peroxydisulfate iron(III) sulfate, ammonium iron sulfate (III), etc. are mentioned. The viewpoint that a metal ion does not adhere to a front face especially, but it is used general-purpose, and is cheap to a hydrogen peroxide is desirable. These oxides are independent, or two or more sorts may be mixed and used for them.

[0035] From a viewpoint which raises a polish rate, the content of the oxidizer in a polish liquid constituent It is 0.002 preferably. It is 0.005 more preferably more than weight % . More than weight % It is 0.007 still more preferably. It is 0.01 % of the weight especially preferably more than weight % . It is above. From the viewpoint which reduces surface roughness and a wave, decreases surface discontinuity, such as a pit and a scratch, and raises surface quality, and a viewpoint of economical efficiency It is 20 % of the weight preferably. It is 15 % of the weight more preferably hereafter. It is 10 % of the weight still more preferably hereafter. It is 5 especially preferably hereafter. It is below weight % . This content is 0.002 - 20 % of the weight preferably. It is 0.005 - 15 % of the weight more preferably. It is 0.007 - 10 % of the weight still more preferably. It is 0.01-5 especially preferably. It is weight % .

[0036] In this invention, organic phosphonic acid is used as a polish accelerator. The effectiveness that surface quality can be raised, and it can grind by using this organic phosphonic acid at high speed, and can grind further for a long period of time at high speed is discovered. As organic phosphonic acid, the viewpoint which raises surface quality to molecular weight is 150. The above thing is desirable still more desirable and it is 200. It is above. The number of the phosphonic acid radicals in organic phosphonic acid is 2 from a viewpoint of the improvement in a polish rate. The above is desirable. Specifically, it is 1-hydroxy ethylidene. - It is 1 and 1. - Diphosphonic acid, Friend NOTORI (methylene phosphonic acid), an ethylenediamine tetrapod (methylene phosphonic acid), Diethylenetriamine PENTA (methylene phosphonic acid), ethane -1, 1-diphosphonic acid, Ethane-1,1,2-triphosphonic acid and ethane-1-hydroxy - 1 and 1-diphosphonic acid, Ethanehydroxy-1,1,2-triphosphonic acid, ethane -1,



2-dicarboxy - 1, 2-diphosphonic acid, Phosphonic acid, these alkali-metal salts, or alkanolamine salts, such as methane hydroxy phosphonic acid, 2-phosphono butane -1, 2-dicarboxylic acid, 1-phosphono butane - 2, 3, 4-tricarboxylic acid, Phosphono carboxylic acids, those alkali-metal salts or an alkanolamine salt, amino poly (methylene phosphonic acid), its alkali-metal salt, or alkanolamine salts, such as alpha-methyl phosphono succinic acid, etc. can be mentioned. Also in these, it is 1-hydroxy ethylidene. - 1 One - Diphosphonic acid, friend NOTORI (methylene phosphonic acid), an ethylenediamine tetrapod (methylene phosphonic acid), diethylenetriamine PENTA (methylene phosphonic acid), or those salts are desirable.

[0037] The content in the polish liquid constituent of organic phosphonic acid is a viewpoint to 0.0001-5 which raise the viewpoint and surface quality which demonstrate sufficient polish rate. It is weight % and is 0.001-3 preferably. It is weight % and is 0.01-2 still more preferably. It is weight %.

[0038] The water in the polish liquid constituent of this invention is what is used as a medium. The content From a viewpoint which grinds a ground object efficiently, it is 50 % of the weight preferably. It is above. It is 60 % of the weight more preferably. It is above and is 70 % of the weight still more preferably. It is above. It is 80 % of the weight especially preferably. It is above and is 99.4979 preferably. It is 98.994 % of the weight more preferably below weight % . It is 96.983 % of the weight still more preferably hereafter. It is 94.98 especially preferably hereafter. It is below weight % . this content -- desirable -- 50-99.4979 weight % -- more -- desirable -- 60 - 98.994 % of the weight further -- desirable -- 70 - 96.983 % of the weight especially -- desirable -- 80-94.98 It is weight % .

[0039] In addition, the concentration of each component in said polish liquid constituent may be any of the concentration at the time of this constituent manufacture, and the concentration at the time of use. Usually, as concentration liquid, a constituent is manufactured, and dilutes and uses this in many cases at the time of use.

[0040] Moreover, other components can be blended with the polish liquid constituent of this invention if needed. As these other components, the metal salt of the acid compound of a monomer mold, ammonium salt, a thickener, a dispersant, a rust-proofer, an alkali, a surfactant, etc. are mentioned.

[0041] The polish liquid constituent of this invention can be prepared said abrasives, an oxidizer, organic phosphonic acid, water, and by mixing other components by the well-known approach, if required.

[0042] As for pH of the polish liquid constituent of this invention, it is desirable to determine suitably according to the class and military requirement of a workpiece. For example, 1.8-12 is 3-10 desirable still more preferably from the corrosive viewpoint of a processing machine, and a viewpoint of an operator's safety. The viewpoint which generally raises a polish rate although limitation is impossible generally with the quality of the material of a ground object to pH is 6.5. It is 6.0 preferably hereafter. It is 5.9 more preferably the following. It is 5.5 still more preferably hereafter. It is 5 further more preferably hereafter. Hereafter, it is four or less especially preferably, or is 7.5 from a viewpoint of the improvement in a polish rate. It is 8.0 preferably above. It is desirable above that it is nine or more more preferably. The viewpoint which it is [ pH ] desirable making it acidity and raises a polish rate from a viewpoint of a polish rate in the precision components substrate which set metals, such as an aluminium alloy substrate by which nickel-Lynn (nickel-P) plating was carried out, as the main object to especially pH is 6.5. It is 6.0 preferably hereafter. It is 5.9 more preferably the following. It is 5.5 still more preferably hereafter. It is 5 further more preferably hereafter. It is four or less especially preferably hereafter. polish of a semi-conductor wafer, a semiconductor device, etc. especially a silicon substrate, the polish recon film, and SiO<sub>2</sub> the case where it uses for membranous polish -- from a viewpoint of improvement in a polish rate and surface quality -- desirable -- 7-12 -- more -- desirable -- 8-12 -- it is 9-12 especially preferably. [ furthermore, ] Moreover, from a viewpoint which raises the dispersibility of a silica particle and raises surface quality, it is desirable to make it alkalinity and pH is 7.5. It is 8.0 preferably above. It is nine or more more preferably above. Moreover, as for the viewpoint which reduces an abrasive grain residue in the detergency after polish to pH, it is desirable to make it neutrality. therefore, the precision components substrate for metals, such as an aluminium alloy substrate by which especially nickel-P plating was carried out although what is necessary is just to have set up pH

according to the purpose to think as important, -- setting -- said viewpoint -- synthesizing -- desirable -- 1.8-5.5 it is . pH can be adjusted by blending suitably alkalis, such as inorganic acids, such as a nitric acid and a sulfuric acid, ammonium salt, aqueous ammonia, a potassium hydroxide, a sodium hydroxide, and an amine, in the amount of requests.

[0043] Using the polish liquid constituent of this invention, the polish approach of the ground substrate of this invention has the process which mixes each component, prepares polish liquid and grinds a ground substrate so that it may become the presentation of the polish liquid constituent of this invention, and it can manufacture the substrate for precision components suitably especially. Moreover, the polish liquid constituent of this invention is excellent in preservation stability, is stabilized over a long period of time, and can demonstrate the polish engine performance.

[0044] As for the quality of the material of the ground object which the polish liquid constituent of this invention makes an object, resin, such as ceramic ingredients, such as vitrified matter, such as metals, such as silicon, aluminum, nickel, a tungsten, copper, a tantalum, and titanium, or semimetals, these alloys and glass, glassy carbon, and amorphous carbon, an alumina, a silicon dioxide, silicon nitride, tantalum nitride, and titanium carbide, and polyimide resin, etc. is mentioned. In these, it is desirable that the alloy which uses metals and these metals, such as aluminum, nickel, a tungsten, and copper, as a principal component is a ground object, or it is a ground object like semi-conductor substrates, such as a semiconductor device, with which they contained the metal, for example, glass substrates, such as an aluminium alloy substrate by which nickel-P plating was carried out, and glass ceramics, tempered glass, are more desirable, and especially the aluminium alloy substrate by which nickel-P plating was carried out is desirable.

[0045] The configuration which there is no limit especially in the configuration of a ground object, for example, has the flat-surface sections, such as the shape of the shape of the shape of a disk and a plate and slab and prism, and the configuration which has the curved-surface sections, such as a lens, are set as the object of the polish using the polish liquid constituent of this invention. Also in it, it excels especially in polish of a disk-like a ground object.

[0046] The polish liquid constituent of this invention is used suitable for polish of a precision components substrate. For example, it is suitable for polish of precision components substrates, such as the substrate of magnetic-recording media, such as a magnetic disk, an optical disk, and a magneto-optic disk, a photo-mask substrate, an optical lens, an optical mirror, an optical prism, and a semi-conductor substrate. Polish of a semi-conductor substrate is performed in the polishing process of a silicon wafer (BEAWEHA), the formation process of an embedding component demarcation membrane, the flattening process of an interlayer insulation film, the formation process of embedding metal wiring, an embedding capacitor formation process, etc. Especially the polish liquid presentation liquid of this invention fits polish of the substrate for magnetic disks. Furthermore, it is suitable for surging and obtaining the substrate for magnetic disks not more than  $(W_a)0.3\text{nm}$  less than [ surface roughness  $(R_a)0.3\text{nm}$  ].

[0047] It expresses with this specification  $W_a$  by considering the center line average of roughness height of the granularity curve which  $(W_a)$  is calculated as center line granularity generally said, and says as  $R_a$  the center line average of roughness height obtained from a granularity curve with a wavelength component 80 micrometers or less by surging with surface roughness  $(R_a)$ , and has a 0.4mm - 5mm wavelength component as center line minute external waviness. These can be measured as follows.

[0048] [ -- center line average granularity: --  $R_a$  ] -- product made from rank Taylor HOBUSON It measures on condition that the following using a tally step (TARIDETA 2000).

Sensing-pin tip size : 2.5 micrometerx2.5-micrometer high-pass filter : 80-micrometer measurement die length : 0.64mm [0049] [center line average -- very small -- a wave -- :  $W_a$  ] -- product made from Zygo New View It measures on condition that the following using 200.

An objective lens : 2.5 time ImageZoom : 0.5 time Filter : Band PassFilter type : FFT FixedFilter High Wavelength : 0.4mm Filter Low Wavelength : 5.0mmRemove : Cylinder [0050] As the polish approach using the polish liquid constituent of this invention, a substrate is put with the grinder which stuck organic nonwoven fabric-like macromolecule system abrasive cloth etc., for example, a polish liquid constituent is supplied to a polished surface, and the approach of grinding by moving a grinder and a

substrate etc. is mentioned, applying a constant pressure. In the polish approach of this invention, by using the polish liquid constituent of this invention, a polish rate is raised, generating of the surface discontinuity of a scratch, a pit, etc. can be controlled, it can surface roughness (Ra) Surge, and surface smooth nature, such as (Wa), can be raised.

[0051] The manufacture approach of the substrate for magnetic disks of this invention has the polish process which used said polish liquid constituent, it is desirable to be carried out also in two or more polish processes after 2 process eye, and, as for this polish process, it is desirable to especially be carried out to the last polish process. According to the polish process of one process or two processes, for example, surface roughness (Ra)0.5nm-1.5nm, Wave (Wa) The aluminium alloy substrate which was set to 0.5nm - 1nm and by which nickel-P plating was carried out is ground according to the polish process using the polish liquid constituent of this invention. less than [ surface roughness (Ra)0.3nm ] -- surging -- the substrate for magnetic disks not more than (Wa)0.3nm -- desirable -- surface roughness (Ra) -- it can surge and 0.25nm or less of magnetic disks not more than (Wa)0.25nm can be manufactured. especially -- the polish liquid constituent of this invention -- polish of two processes -- less than [ surface roughness (Ra)0.3nm ] -- surging -- the substrate for magnetic disks not more than (Wa)0.3nm -- desirable -- surface roughness (Ra) -- it is suitable for being used for 2 process eye at the time of surging and manufacturing 0.25nm or less of magnetic disks not more than (Wa)0.25nm.

[0052] The manufactured substrate for magnetic disks is excellent in surface smooth nature. as the surface smooth nature -- surface roughness (Ra) -- 0.25nm or less is preferably desirable 0.3nm or less. Moreover, it surges and 0.25nm or less of (Wa) is preferably desirable 0.3nm or less.

[0053] As mentioned above, by using the polish liquid constituent of this invention, while raising a polish rate, there is little surface discontinuity of a scratch, a pit, etc., and the substrate for magnetic disks of the high quality which was excellent surface roughness (Ra) and in the shape of [ whose smooth nature, such as (Wa), surged and improved / whose surface smooth nature of (Wa) surged and improved while raising especially the polish rate ] front planarity can be manufactured with sufficient productive efficiency.

[0054] Especially the polish liquid constituent of this invention is applicable like the polish processes, for example, the wrapping process etc., other than this etc., although it is effective in a polishing process.

[0055]

[Example] (Ground object) Polish evaluation was performed using the aluminium alloy substrate of 95mmphi of thickness 0.8 mm which rough-ground beforehand the substrate by which nickel-P plating was carried out with the polish liquid containing alumina abrasives, and made it 1nm of substrate surface roughness as a ground substrate.

[0056] As shown in one to example 4 table 1, 0.45 weight section mixing of either of assistant A-D which shows colloidal silica (D10:45nm, D50:58nm, D90:90nm) to 7 weight sections, and shows a hydrogen peroxide (product made from the Asahi electrification) to 1 weight section and the following by purity 35% was carried out, and it considered as a total of 100 weight sections by using the remainder as water.

[0057] The sequence to mix took care that a slurry did not gel, and in addition, it was prepared slowly, agitating an assistant to what diluted the colloidal silica slurry with water. And finally the hydrogen peroxide was added slowly, agitating the specified quantity.

Assistant A: 1-hydroxy ethylidene - 1 One - Diphosphonic-acid assistant B: amino trimethylene phosphonic-acid assistant C: Diethylene TEETORAMIN pentamethylene phosphonic acid assistant D: hexamethylenediamine tetramethylen phosphonic acid [0058]

[Table 1]

	重量部						pH
	珽イザシカ	過酸化水素	助剂A	助剂B	助剂C	助剂D	
実施例1	7.0	1.0	0.45	—	—	—	2
実施例2	7.0	1.0	—	0.45	—	—	2
実施例3	7.0	1.0	—	—	0.45	—	2
実施例4	7.0	1.0	—	—	—	0.45	2

[0059] As shown in one to example of comparison 7 table 2, specified quantity mixing of colloidal silica (D10:45nm, D50:58nm, D90:90nm), 35% hydrogen peroxide (product made from the Asahi electrification), Assistants A and B, and E-G was carried out, and it considered as a total of 100 weight sections by using the remainder as water. however, assistant E-G is shown below -- it used. Among these, the nitric acid (Wako best) adjusted the example 7 of a comparison to pH2.5 61%.

[0060] The sequence to mix took care that a slurry did not gel, and in addition, it was prepared slowly, agitating an assistant to what diluted the colloidal silica slurry with water. The thing containing a hydrogen peroxide added this at the end.

Assistant E: Phosphonic acid (H.P.=O(OH)<sub>2</sub> : phosphorous acid)

Assistant F: An aluminium nitrate and the 9 hydrate assistant G: An ammonium oxalate and monohydrate [0061]

[Table 2]

	重量部							pH
	珽イザシカ	過酸化水素	助剂A	助剂B	助剂E	助剂F	助剂G	
比較例1	7.0	1.0	—	—	—	—	—	6.2
比較例2	7.0	—	0.45	—	—	—	—	2
比較例3	7.0	—	—	0.45	—	—	—	2
比較例4	7.0	1.0	—	—	0.45	—	—	2
比較例5	7.0	—	0.45	—	—	1.0	—	1.9
比較例6	7.0	1.0	—	—	—	1.0	—	2.3
比較例7	7.0	1.0	—	—	—	—	1.0	2.5

[0062] About the polish liquid constituent obtained in examples 1-4 and the examples 1-7 of a comparison, it was based on the following approaches, and the existence and preservation stability of a polish rate, surface roughness, minute external waviness, surface discontinuity, and a scratch were measured and evaluated. The obtained result is shown in Tables 3 and 4.

[0063] (Polish conditions)

polish testing-machine: -- speed femme company make double-sided 9B grinder scouring pad: -- Kanebo Belatrix N0058 rotating speed: -- 35 r/min slurry amount-of-supply: -- 40 m l/min polish time amount: -- 4-minute polish load: -- number-of-sheets [ of the substrate which carried out the 7.8kPa injection ]: -- ten sheets [0064] (Polish rate) It computed from the decrease of weight of the substrate polish before and after polish.

[0065] (Surface roughness (Ra, Rmax)) An atomic force microscope ( Nanoscope III by the digital instrument company) is used for a total of six points by three points each of the both sides of the substrate after polish at intervals of 120 degrees, and it is 1.0Hz about ScanRate. 2micrometerx2 The average when measuring the range of mum was taken. (Ra) It is shown in Table 3 as less than [ O:3.5A ], 3.5A or more, less than [ O(Rmax):40A ], less than [ more than \*\*:40 100A ], and more than x:100A. In addition, "Ra" shows the center line average of roughness height, and "Rmax" shows a P-V

value (Peak-Valley value).

[0066] (Minute wave (Wa)) It was based on Zygo in said conditions, and measured. O : it is shown in Table 3 as less than 4.5A and more than x:4.5A.

[0067] (Surface discontinuity (minute defect)) Twelve front faces of each substrate were measured by one 200 times the scale factor of this at intervals of 30 degrees by differential interference type microscope observation, and the pit and the number of projections per 12 visual fields were counted. O : it is shown in Table 3 as zero piece and more than x:1 piece.

[0068] (Scratch) Twelve front faces of each substrate were measured by one 200 times the scale factor of this at intervals of 30 degrees by differential interference type microscope observation, and the scratch per 12 visual fields was counted. O : it is shown in Table 3 as zero piece and more than x:1 piece.

[0069] (Preservation stability) It judged from the polish rate immediately after preparation of a polish liquid constituent and of two weeks, one month, and three months after. A result is shown in Table 4.

[0070]

[Table 3]

	研磨速度 ( $\mu\text{m}/\text{分}$ )	Ra (AFM)	Rmax (AFM)	Wa (Zygo)	微小欠陥 (微分干渉 顕微鏡)	スクラッチ (微分干渉 顕微鏡)
実施例1	0.13	○	◎	○	○	○
実施例2	0.13	○	◎	○	○	○
実施例3	0.12	○	◎	○	○	○
実施例4	0.12	○	◎	○	○	○
比較例1	0.03	○	×	×	○	×
比較例2	0.04	○	○	×	×	×
比較例3	0.04	○	○	×	×	×
比較例4	0.13	×	×	×	×	×
比較例5	0.07	○	○	×	○	○
比較例6	0.11	○	○	○	○	○
比較例7	0.08	○	○	×	○	○

[0071]

[Table 4]

	研磨速度 (μm/分)			
	調製直後	2週間後	1ヶ月後	3ヶ月後
実施例1	0.13	0.13	0.13	0.13
実施例2	0.13	0.13	0.13	0.13
実施例3	0.12	0.12	0.12	0.12
実施例4	0.12	0.12	0.12	0.12
比較例1	0.03	0.03	0.03	0.03
比較例2	0.04	0.04	0.04	0.04
比較例3	0.04	0.04	0.04	0.04
比較例4	0.13	0.13	0.13	0.13
比較例5	0.07	0.07	0.05	0.03
比較例6	0.11	0.07	0.05	0.04
比較例7	0.08	ゲル化	—	—

[0072] The result of Tables 3 and 4 shows that each polish liquid constituent obtained in the examples 1-4 has a high polish rate, surface roughness and minute external waviness are reduced, there is neither surface discontinuity nor a scratch, and Rmax is low excellent in the preservation stability in the viewpoint of a polish rate compared with the polish liquid constituent obtained especially in the examples 1-7 of a comparison. In addition, although the example 4 of a comparison using inorganic phosphonic acid was excellent in the preservation stability in the viewpoint of a polish rate, each its evaluation result, such as surface roughness, minute external waviness, surface discontinuity, and a scratch, was bad.

[0073]

[Effect of the Invention] Raising the surface quality of a polish substrate, the polish liquid constituent of this invention can be ground at high speed, moreover is excellent in the preservation stability after combination, and can be ground for a long period of time at high speed. And the effectiveness that the substrate for magnetic disks excellent in surface quality can be manufactured efficiently by this is done so.

---

[Translation done.]